

BEST AVAILABLE COPY

PCT/JP 2004/015943

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

08.11.2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2 0 0 3 年 1 1 月 1 1 日

出 願 番 号
Application Number: 特 願 2 0 0 3 - 3 8 0 9 6 9
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 3 8 0 9 6 9]

出 願 人
Applicant(s): 三井武田ケミカル株式会社

REC'D 02 DEC 2004

WIPO

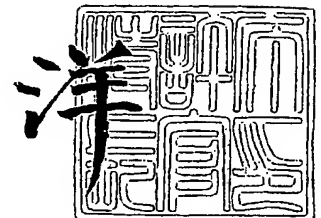
PCT

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 4 年 1 0 月 2 9 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川



出証番号 出証特 2 0 0 4 - 3 0 9 8 2 6 5

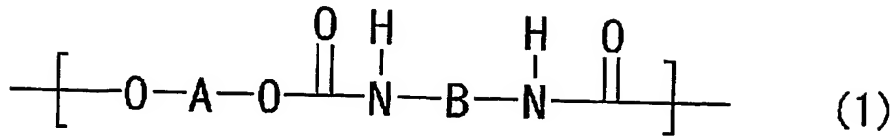
【書類名】 特許願
【整理番号】 P0002765
【提出日】 平成15年11月11日
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 C03C 8/24
【発明者】
 【住所又は居所】 千葉県袖ヶ浦市長浦 5 8 0 - 3 2 三井化学株式会社内
 【氏名】 三塚 雅彦
【発明者】
 【住所又は居所】 千葉県袖ヶ浦市長浦 5 8 0 - 3 2 三井化学株式会社内
 【氏名】 種市 大樹
【発明者】
 【住所又は居所】 千葉県袖ヶ浦市長浦 5 8 0 - 3 2 三井化学株式会社内
 【氏名】 鶴田 学
【特許出願人】
 【識別番号】 000005887
 【氏名又は名称】 三井化学株式会社
 【代表者】 中西 宏幸
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 005278
 【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 要約書 1

【書類名】特許請求の範囲

【請求項 1】

下式 (1)

【化 1】

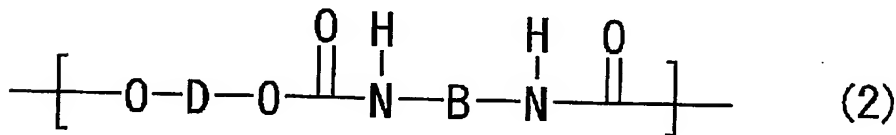


(式中、Aは、両末端に水酸基を有するポリオキシアルキレングリコール (化合物A) $H-O-A-OH$ の脱アルコール残基 (2 価基) であり、

Bは、ジイソシナアート (化合物B) $OCN-B-NCO$ の脱 NCO 残基 (2 価基) である。)

で表わされる繰り返し単位 (a) と、下式 (2)

【化 2】



(式中、Dは、分子内に炭素数 4 ~ 21 の炭化水素基 (1 価基) を少なくとも 2 個以上有する櫛形ジオール $H-O-D-OH$ の脱アルコール残基 (2 価基) であり、Bは、ジイソシナアート (化合物B) $OCN-B-NCO$ の脱 NCO 残基 (2 価基) である。)

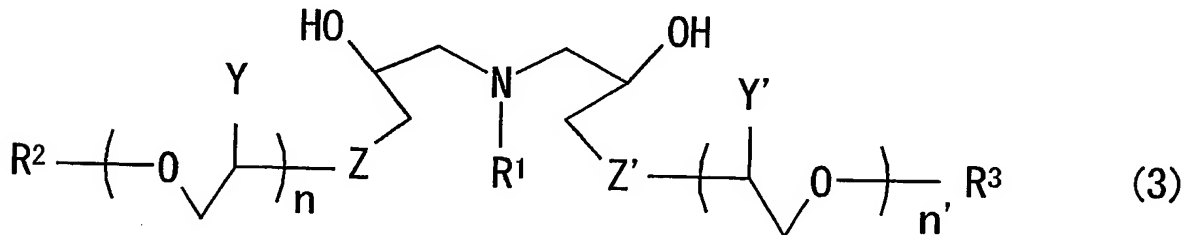
で表される繰り返し単位 (b) とからなり、

繰り返し単位 (a) のモル比が 0.35 ~ 0.99 であり、繰り返し単位 (b) のモル比が 0.01 ~ 0.65 であるポリウレタン樹脂をバインダー樹脂に用いることを特徴とする隔壁材ペースト。

【請求項 2】

前記櫛形ジオール $H-O-D-OH$ が、下式 (3)

【化 3】



(式中、 R^1 は、炭素原子数 1 ~ 20 の炭化水素基または窒素含有炭化水素基であり、 R^2 および R^3 は、炭素原子数 4 ~ 21 の炭化水素基であり、 R^1 、 R^2 および R^3 中の水素の一部または全部はフッ素、塩素、臭素または沃素で置換されていてもよく、 R^2 と R^3 は同じでも異なってもよい。

Y および Y' は、水素、メチル基または CH_2Cl 基であり、 Y と Y' は同じでも異なってもよい。

Z および Z' は、酸素、硫黄または CH_2 基であり、 Z と Z' は同じでも異なってもよい。

n は、 Z が酸素の場合は 0 ~ 15 の整数であり、 Z が硫黄または CH_2 基の場合は 0 である。

また、 n' は、 Z' が酸素の場合は 0 ~ 15 の整数であり、 Z' が硫黄または CH_2 基の場合は 0 であり、 n と n' は同じでも異なってもよい。) で表わされる櫛形ジオール (化合物D)、または

【書類名】明細書

【発明の名称】隔壁材ペースト

【技術分野】

【0001】

本発明は、隔壁材ペースト、特にPDP（プラズマディスプレイパネル）の製造に用いられる隔壁材ペーストに関するものである。

【背景技術】

【0002】

次世代の大型TV用ディスプレイとしてPDP（プラズマディスプレイパネル）が最も有力視されている。勝谷康夫著「PDP用材料の技術動向」（日立化成テクニカルレポート NO.33（7）、9-16、1999年）にはPDPの製造工程とその各工程に用いられる主だった材料について詳しく記載されている（非特許文献1）。

【0003】

PDPは一般に、前面ガラス基板と背面ガラス基板が対向して設けられており、これらのガラス基板の間の空間は隔壁（バリアリブ）により区切られている。この隔壁は一般にサンドブラスト法により形成される。この方法は、背面ガラス基板の上に隔壁材ペーストをスクリーン印刷等により塗布し、溶剤を乾燥させて均一な厚みの隔壁材の層を形成する。続いてこの上にドライフィルムレジスト（DFR）をラミネートし、露光し、現像した後レジストが被覆していない隔壁材の部分をサンドブラストにより除去し、所定の場所に隔壁を形成する方法である。他の方法としては、スクリーン印刷により隔壁を直接背面ガラス基板上に印刷する方法や、背面ガラス基板全面にスクリーン印刷などにより隔壁材を塗布し、これをくし型のブレードで隔壁以外の部分のペーストを削り取って隔壁を形成する方法などがある。

【0004】

こうして形成された隔壁は500～600℃で焼成してバインダー樹脂を分解する。従来は印刷特性が優れていることからエチルセルローズが専ら用いられてきたが、エチルセルローズは樹脂が硬いために、ペーストに可塑剤を加えて硬度を下げないと、サンドブラスト性などの加工性が良くないという問題があった。可塑剤を加えることで加工性は改善されるが、可塑剤の影響により、乾燥工程や焼成工程で隔壁にひびなどの欠陥が入り易い問題があった。

【0005】

加工性を改善する方法として、バインダーとしてエチルセルローズと水酸基含有アクリル樹脂を混合して用いる方法も提案されている（特許文献1）。しかし2種類のバインダー樹脂を混合して用いると、ペーストの製造工程がより複雑になる、ペーストの品質管理がより複雑になるなどの問題が生じ、まだ改善の余地があった。一方、本発明者らは特開平12-355618号公報において、本発明に用いられるポリウレタン樹脂がセラミックのバインダー樹脂に使えることを開示しているが、隔壁材ペーストの発明には至っていない（特許文献2）。

【特許文献1】特開2003-54992号公報

【特許文献2】特開平12-355618号公報

【非特許文献1】勝谷康夫著 「PDP用材料の技術動向」 日立化成テクニカルレポート NO.33（7）、9-16、1999年

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

バインダー樹脂として、エチルセルローズは加工性に劣る問題があった。2種類のバインダーを混合して用いる方法が提案されているが製造工程がより複雑になるなど、まだ課題があった。

【0007】

そこで本発明の課題は、エチルセルローズをバインダー樹脂として用いる従来のペース

トに替わる、より加工性に優れた隔壁材ペーストを提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明は、櫛形ジオールとポリオキシアルキレングリコールをジオール成分とするポリウレタン樹脂がバインダー樹脂であることを最も主要な特徴とする。

【発明の効果】

【0009】

本発明の隔壁材ペーストはサンドブラスト法においてオーバーサンドが生じ難いという利点がある。サンドブラスト法では、パターニングされたフォトレジストの上から、フォトレジストの剥離した隔壁材ペースト部分のみを、隔壁材ペーストの塗布面に垂直方向へ隔壁材を削っていくが、オーバーサンドとは、サンドブラストにより、隔壁材ペーストのフォトレジストが剥離していない部分の下までも余分にえぐりってしまうことを指す。

【0010】

また本発明の隔壁材ペーストは、可塑剤をまったく、あるいは少量しか含まないので、可塑剤を多量に添加することにより生じる、乾燥工程や焼成工程で隔壁に欠陥が入るなどの問題を生じないという利点がある。

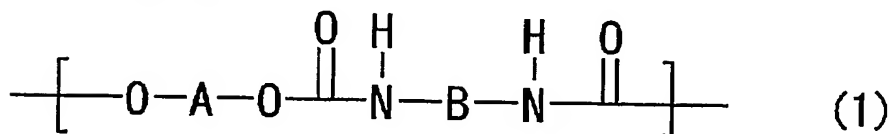
【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

本発明の隔壁材ペーストは、下式 (1)

【0012】

【化1】



【0013】

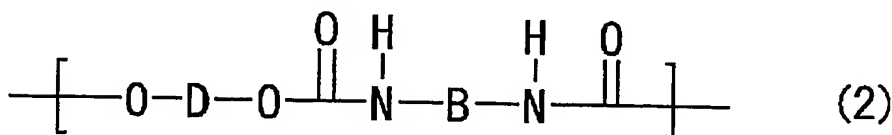
(式中、Aは、両末端に水酸基を有するポリオキシアルキレングリコール (化合物A) $H-O-A-OH$ の脱アルコール残基 (2価基) であり、

Bは、ジイソシナート (化合物B) $OCN-B-NCO$ の脱NCO残基 (2価基) である。)

で表わされる繰り返し単位 (a) と、下式 (2)

【0014】

【化2】



【0015】

(式中、Dは、分子内に炭素数4～21の炭化水素基 (1価基) を少なくとも2個以上有する櫛形ジオール $H-O-D-OH$ の脱アルコール残基 (2価基) であり、Bは、ジイソシナート (化合物B) $OCN-B-NCO$ の脱NCO残基 (2価基) である。)

で表される繰り返し単位 (b) とからなり、

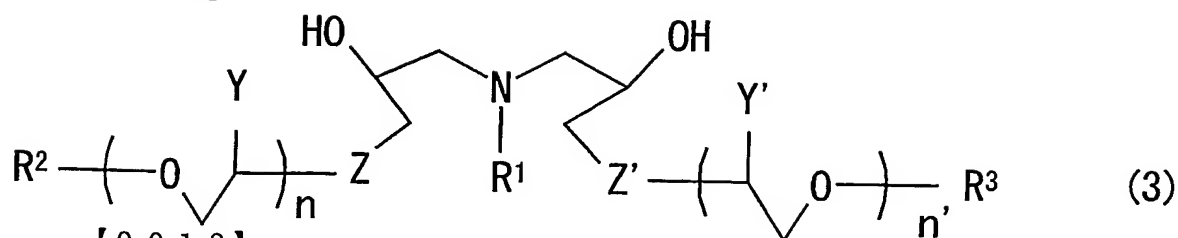
繰り返し単位 (a) のモル比が0.35～0.99であり、繰り返し単位 (b) のモル比が0.01～0.65であるポリウレタン樹脂をバインダー樹脂に用いることを特徴とするPDP用隔壁材ペーストである。

【0016】

また本発明のPDP用隔壁材ペーストは、上記櫛形ジオール $H-O-D-OH$ が、下式 (3)

【0017】

【化3】



【0018】

(式中、 R^1 は、炭素原子数1～20の炭化水素基または窒素含有炭化水素基であり、 R^2 および R^3 は、炭素原子数4～21の炭化水素基であり、 R^1 、 R^2 および R^3 中の水素の一部または全部はフッ素、塩素、臭素または沃素で置換されていてもよく、 R^2 と R^3 は同じでも異なってもよい。

【0019】

Y および Y' は、水素、メチル基または CH_2Cl 基であり、 Y と Y' は同じでも異なってもよい。

【0020】

Z および Z' は、酸素、硫黄または CH_2 基であり、 Z と Z' は同じでも異なってもよい。

【0021】

n は、 Z が酸素の場合は0～15の整数であり、 Z が硫黄または CH_2 基の場合は0である。

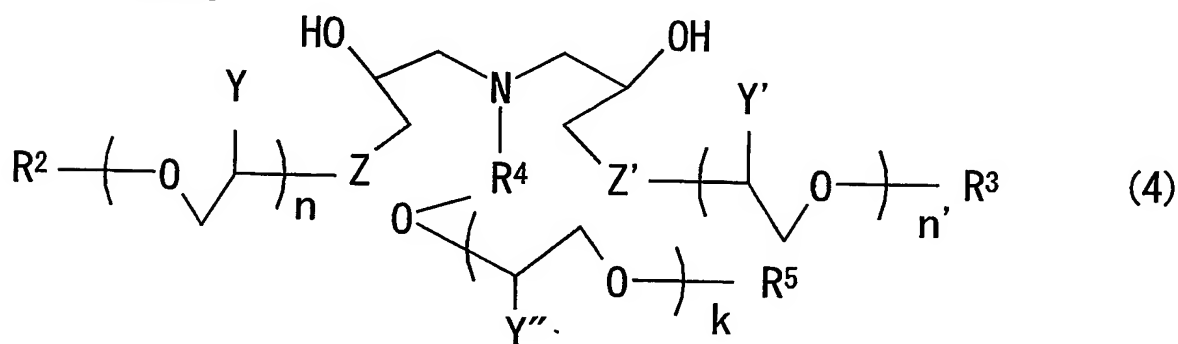
【0022】

また、 n' は、 Z' が酸素の場合は0～15の整数であり、 Z' が硫黄または CH_2 基の場合は0であり、 n と n' は同じでも異なってもよい。)で表わされる櫛形ジオール(化合物D)、または

下式(4)

【0023】

【化4】



【0024】

(式中、 R^5 は、炭素原子数1～20の炭化水素基であり、 R^2 および R^3 は、炭素原子数4～21の炭化水素基であり、 R^5 、 R^2 および R^3 中の水素の一部または全部はフッ素、塩素、臭素または沃素で置換されていてもよく、 R^2 と R^3 は同じでも異なってもよい。

【0025】

Y 、 Y' および Y'' は、水素、メチル基または CH_2Cl 基であり、 Y と Y' は同じでも異なってもよい。

【0026】

Z および Z' は、酸素、硫黄または CH_2 基であり、 Z と Z' は同じでも異なってもよい。

【0027】

R^4 は、全炭素原子数が2～4のアルキレン基であり、
 k は、0～15の整数である。

【0028】

n は、 Z が酸素の場合は0～15の整数であり、 Z が硫黄または CH_2 基の場合は0である。

【0029】

また、 n' は、 Z' が酸素の場合は0～15の整数であり、 Z' が硫黄または CH_2 基の場合は0であり、 n と n' は同じでも異なってもよい。)で表わされる櫛形ジオール(化合物 D')であるポリウレタン樹脂をバインダー樹脂に用いることを特徴とする隔壁材ペーストである。

【0030】

ポリウレタン樹脂

式(1)で表された繰返し単位(a)中の化合物Aは、水溶性ないし親水性のポリオキシアルキレングリコールである。特にアルキレン基の炭素数2～6のポリオキシアルキレングリコールが、好適に用いられる。より具体的には、ポリエチレングリコール(PEG)、プロピレングリコール(PPG)、ポリテトラメチレンエーテルグリコール(PTMEG)、ポリヘキサメチレンエーテルグリコールなどが挙げられる。

【0031】

この化合物Aの分子量は、数平均分子量(M_n)で好ましくは400～100,000、より好ましくは400～20,000、さらに好ましくは900～9,000の範囲内にある。数平均分子量が400以上で、高分子(B)の十分な重量平均分子量の樹脂が得られる。また、数平均分子量が100,000以下なら、十分な重合反応が行える。

【0032】

該ポリオキシアルキレングリコール(化合物A)として2種類以上のポリオキシアルキレングリコールを組み合わせて用いてもよい。例えば、ポリエチレングリコールとポリプロピレングリコールやポリテトラメチレンエーテルグリコールを組み合わせて用いることも可能である。

【0033】

またグリコール類の20重量%までなら、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、テトラメチレングリコール、ヘキサメチレングリコールなどの低分子量グリコールを他のポリオキシアルキレングリコール類と併用してもよい。

【0034】

式(2)で表された繰返し単位(b)中の櫛形ジオール $HO-D-OH$ は、分子内に炭素原子数4～21の1価炭化水素基を少なくとも2個以上もつジオール類である。1価の炭化水素基はジオール分子の骨格に複数個が側鎖としてグラフトしており、この形状から櫛形ジオールと称している。

【0035】

上記の1価の炭化水素基の例としては、アルキル基、アルケニル基、アラルキル基、アリール基が挙げられる。

【0036】

櫛形ジオールの1価炭化水素基は、メチレン基、エーテル基、チオエーテル基、ポリエーテル基等を介して骨格に結合している。

【0037】

櫛形ジオールの骨格は炭化水素のみからなってもよいが、エーテル基($-O-$)、ポリエーテル基や3級アミノ基($-N(R)-$)などの極性基を骨格にもつジオールも好適に用いられる。

【0038】

例を挙げれば、特開平10-298261号やUS-4426485号に示されている様なエーテル基($-O-$)、ポリエーテル基($-O-CH_2CH_2-O-$ など)を骨格

に有するジオールや、式(3)、(4)に記載されているような3級アミノ基を骨格に有するジオールなどを利用することができる。

【0039】

櫛形ジオールの炭化水素基は極性が低く、極性のある溶剤中では炭化水素基同士の相互作用により、ポリウレタンの高分子鎖間に疎水的相互作用が生じ、そのために比較的分子量の低いポリウレタンでも印刷に必要な粘度が得られると考えられる。

【0040】

櫛形ジオールの製造方法は特開平11-343328号や特開平12-297133号などに詳しく記載されている。

【0041】

上記のジイソシアナート化合物(化合物B)は、鎖状脂肪族ジイソシアナート類、環状脂肪族ジイソシアナート類および芳香族ジイソシアナートよりなる群から選ばれたのジイソシアナート化合物である。

【0042】

ジイソシアナートは全炭素原子数が(NCO基の炭素原子を含めて)3~18のジイソシアナート類を用いることがより好ましい。

【0043】

鎖状脂肪族ジイソシアナート類は、NCO基の間を直鎖もしくは分岐鎖のアルキレン基で繋いだ構造をもつポリイソシアナート化合物であり、具体例としては、メチレンジイソシアナート、エチレンジイソシアナート、トリメチレンジイソシアナート、1-メチルエチレンジイソシアナート、テトラメチレンジイソシアナート、ペンタメチレンジイソシアナート、2-メチルブタン-1,4-ジイソシアナート、ヘキサメチレンジイソシアナート(通称HMDIと略す)、ヘプタメチレンジイソシアナート、2,2'-ジメチルペンタン-1,5-ジイソシアナート、リジンジイソシアナートメチルエステル(通称LDIと略す)、オクタメチレンジイソシアナート、2,5-ジメチルヘキサン-1,6-ジイソシアナート、2,2,4-トリメチルペンタン-1,5-ジイソシアナート、ノナメチルジイソシアナート、2,4,4-トリメチルヘキサン-1,6-ジイソシアナート、デカメチレンジイソシアナート、ウンデカメチレンジイソシアナート、ドデカメチレンジイソシアナート、トリデカメチレンジイソシアナート、テトラデカメチレンジイソシアナート、ペンタデカメチレンジイソシアナート、ヘキサデカメチレンジイソシアナート、トリメチルヘキサメチレンジイソシアナート等のジイソシアナートなどが挙げられる。

【0044】

環状脂肪族ジイソシアナート類は、NCO基の間を繋ぐアルキレン基が環状構造をもつポリイソシアナート化合物であり、具体例としては、シクロヘキサン-1,2-ジイソシアナート、シクロヘキサン-1,3-ジイソシアナート、シクロヘキサン-1,4-ジイソシアナート、1-メチルシクロヘキサン-2,4-ジイソシアナート、1-メチルシクロヘキサン-2,6-ジイソシアナート、1-エチルシクロヘキサン-2,4-ジイソシアナート、4,5-ジメチルシクロヘキサン-1,3-ジイソシアナート、1,2-ジメチルシクロヘキサン- ω , ω' -ジイソシアナート、1,4-ジメチルシクロヘキサン- ω , ω' -ジイソシアナート、イソホロンジイソシアナート(通称IPDIと略す)、ジシクロヘキシルメタン-4,4'-ジイソシアナート、ジシクロヘキシルメチルメタン-4,4'-ジイソシアナート、ジシクロヘキシルジメチルメタン-4,4'-ジイソシアナート、2,2'-ジメチルジシクロヘキシルメタン-4,4'-ジイソシアナート、3,3'-ジメチルジシクロヘキシルメタン-4,4'-ジイソシアナート、4,4'-メチレン-ビス(イソシアナトシクロヘキサン)、イソプロピリデンビス(4-シクロヘキシルイソシアナート)(通称IPCIと略す)、1,3-ビス(イソシアナトメチル)シクロヘキサン、水素化トリレンジイソシアナート(通称H-TDIと略す)、水素化4,4'-ジフェニルメタンジイソシアナート(通称H-MDIと略す)、水素化キシリレンジイソシアナート(通称H-XDIと略す)、ノルボルナンジイソシアナートメチル(通称NBDIと略す)等のジイソシアナートなどが挙げられる。

【0045】

芳香族ジイソシアナート類は、NCO基の間をフェニレン基、アルキル置換フェニレン基およびアラルキレン基などの芳香族基または芳香族基を含有する炭化水素基で繋いだポリイソシアナート化合物であり、具体例としては、1,3-および1,4-フェニレンジイソシアナート、1-メチル-2,4-フェニレンジイソシアナート (2,4-TDI)、1-メチル-2,6-フェニレンジイソシアナート (2,6-TDI)、1-メチル-2,5-フェニレンジイソシアナート、1-メチル-3,5-フェニレンジイソシアナート、1-エチル-2,4-フェニレンジイソシアナート、1-イソプロピル-2,4-フェニレンジイソシアナート、1,3-ジメチル-2,4-フェニレンジイソシアナート、1,3-ジメチル-4,6-フェニレンジイソシアナート、1,4-ジメチル-2,5-フェニレンジイソシアナート、m-キシレンジイソシアナート、ジエチルベンゼンジイソシアナート、ジイソプロピルベンゼンジイソシアナート、1-メチル-3,5-ジエチルベンゼン-2,4-ジイソシアナート、3-メチル-1,5-ジエチルベンゼン-2,4-ジイソシアナート、1,3,5-トリエチルベンゼン-2,4-ジイソシアナート、ナフタリン-1,4-ジイソシアナート、ナフタリン-1,5-ジイソシアナート、1-メチルナフタリン-1,5-ジイソシアナート、ナフタリン-2,6-ジイソシアナート、ナフタリン-2,7-ジイソシアナート、1,1-ジナフチル-2,2'-ジイソシアナート、ビフェニル-2,4'-ジイソシアナート、ビフェニル-4,4'-ジイソシアナート、1,3-ビス (1-イソシアナート-1-メチルエチル) ベンゼン、3,3'-ジメチルビフェニル-4,4'-ジイソシアナート、ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアナート (MDI)、ジフェニルメタン-2,2'-ジイソシアナート、ジフェニルメタン-2,4'-ジイソシアナート、キシリレンジイソシアナート (XDI) 等のジイソシアナートなどが挙げられる。

【0046】

上記ポリウレタン樹脂の製造方法は特開平11-343328号や特開平12-297133号などに詳しく記載されている。

【0047】

隔壁材ペースト

本発明の隔壁材ペーストはその100重量%中に、ガラス粉末を30~80重量%、ガラス以外の無機フィラー (アルミナ、石英など) を1~40重量%、バインダー樹脂溶液を5~30重量%含んでいる。

【0048】

バインダー樹脂溶液はその100重量%中に、バインダー樹脂を1~30重量%、溶剤を70~99重量%含んでいる。

【0049】

本発明の隔壁材ペーストは、バインダー樹脂として重量平均分子量が1万~50万、より好ましくは5万~30万の範囲の熱可塑性ポリウレタン樹脂を用いている。重量平均分子量が1万以上あればペーストの粘度を高めることができる。また重量平均分子量が50万以下であれば、ペーストのスクリーン印刷時の糸引きはほとんど起こらない。重量平均分子量が5万~30万の範囲で印刷特性が最も優れている。

【0050】

ペーストに用いるガラス粉末は特に限定されるものではない。PDP用に用いられる隔壁材用ガラス粉末は好適に用いることができる。例えば、 $PbO-B_2O_3-SiO_2$ 系ガラス、 $Ba-ZnO-B_2O_3-SiO_2$ 系ガラス、 $ZnO-Bi_2O_3-B_2O_3-SiO_2$ 系ガラスなどが好適に用いられる。

【0051】

ガラス以外の無機フィラーも、特に限定されるものではない。PDP用に用いられる隔壁材用フィラーは、好適に用いることができる。例えば、アルミナ、 α -石英、チタニア、ジルコニアなどである。

【0052】

ペーストの溶剤も特に限定されるものではなく、バインダー樹脂が溶解する溶剤なら好適に用いることができる。例えば、N-メチルピロリドン、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、テルピネオール、酢酸エチル、トルエン、キシレン、テトラヒドロフラン、メタノール、水などである。極性のある溶剤が特に好適に用いられる。

【0053】

ペーストはその他の成分として可塑剤、分散剤、消泡剤などを適量含んでいてもよい。

【0054】

ペーストの調製方法は特に限定するものではない。例えば、セパラブルフラスコに溶剤とポリウレタン樹脂を仕込み、40～80℃程度に加熱しながら1時間ほど攪拌し、バインダー樹脂溶液を得る。このバインダー樹脂溶液とガラス粉末とフィラーを3本ロール等で混練し、隔壁材ペーストを得ることができる。

【0055】

隔壁の形成方法

隔壁材ペーストを用いた隔壁の形成方法には幾つかの方法があるが、(a) サンドブラスト法を例に説明する。電極、誘電体層を形成したガラス背面基板の上に、スクリーン印刷等を用いて、隔壁剤ペーストを全面に塗布し、溶剤を乾燥させる。厚みは50～200 μm が適当である。この上にドライフィルムレジストをラミネートし、パターン露光し、現像する。サンドブラスト法により不要な部分を除去し、500～600℃で焼成することで、ガラス基板上に隔壁を形成することができる。

【0056】

この他の隔壁形成方法としては、(b) 複数回スクリーン印刷を重ねることにより基板上に直接隔壁のパターンを形成する方法、(c) スクリーン印刷等により基板全面に隔壁材を塗布後、くし型のプレートで余分な隔壁材を除去し、隔壁のパターンを形成する方法などが用いられる。本発明のペーストはサンドブラスト法以外の隔壁形成法においても用いることができる。

【0057】

以下実施例を用いて詳細に説明するが、勿論本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

【実施例1】

【0058】

[櫛形ジオール1の合成]

500mlの丸底フラスコにマグネチックスターラー、温度計および滴下ロートを設置し、2-エチルヘキシルアミン(関東化学)64.6gを仕込み、フラスコ内を窒素で置換した。オイルバスでフラスコを60℃に加熱し、攪拌しながら、滴下ロートから2-エチルヘキシルグリシジルエーテル(旭電化、アデカグリシロールED518、エポキシ価220)220.0gを40分かけて滴下した。滴下終了後、オイルバスの温度を80℃に上げて、フラスコを10時間加熱した。続いて、オイルバスの温度を120℃に上げて、真空ポンプを用いて、3mmHgの真空度で少量の未反応物を減圧留去した。2-エチルヘキシルアミン1モルに対して2-エチルヘキシルグリシジルエーテルが2モルの比率で付加した櫛形ジオール1(OH価からの平均分子量532)を収率90%で得た。

【0059】

[ポリウレタン樹脂1の合成]

1000mlのSUS製セパラブルフラスコに市販のPEG#6000(三洋化成、数平均分子量8,630)を160gと市販のPTMEG#1000(保土ヶ谷化学、数平均分子量1,039)を40g仕込み、窒素シール下で150℃にて熔融した。これを攪拌しながら減圧下(3mmHg)で3時間乾燥した。残留する水分は200ppmであった。70℃まで温度を下げ、フラスコ内を1気圧の窒素で満たした。酸化防止剤としてBHT(ジ-tert-ブチルヒドロキソトルエン)を300ppm加えた。フラスコ内を攪拌しながら、櫛形ジオール1を2.00g、ヘキサメチレンジイソシアナート(東京化成)を5.07g仕込んだ(NCO/OH=0.99mol/mol)。触媒としてDBTDLを0.05g添加すると、10分程で急激に増粘した。攪拌を止めて、70℃で2時間反応させた。120℃に温度を上げて30分間一定温度に保ち、その後フラスコから生成物を取り出した。生成物の重量平均分子量は30万であった。

【0060】

取り出した生成物を小片に裁断後放冷した。これを液体窒素で冷却し、小型の衝撃型電動ミルで粉碎した。粉碎物を篩にかけ、粒子径が $600\mu\text{m}$ 以下の粉体をバインダー樹脂として得た。粉体の平均粒子径は $400\mu\text{m}$ であった。

【バインダー樹脂溶液 1 の製造】

200ml のガラス製セパラブルフラスコに上記のポリウレタン樹脂 1 を 20 g、溶剤の N-メチルピロリドン（関東化学）を 80 g 仕込み、 60°C に加熱しながら 1 時間攪拌して溶解し、バインダー樹脂溶液 1 を得た。

【0061】

【隔壁材ペースト 1 の製造】

上記のバインダー樹脂溶液 20 g にガラス粉末 ($\text{PbO}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$) 60 g、アルミナ 20 g を加え、3 本ローラーで混練し隔壁材ペースト 1 を得た。

【0062】

【隔壁の形成】

上記の隔壁材ペースト 1 をアプリータを用いて、ソーダガラス板上全面に塗布した。熱風乾燥機で溶剤を除去し、厚み $180\mu\text{m}$ の隔壁材層を得た。ドライフィルムレジストをラミネートし、遮光フィルムを載せ、露光し、現像し、未露光部分を 1% 化苛性ソーダ溶液用いて除去した。炭酸カルシウム粉末を用いて、サンドブラスト装置により 90 秒間サンドブラストを施した。サンドブラストによる研磨深さを測定したところ、 $110\mu\text{m}$ であり、適切な深さであった。断面形状を観察したところ、隔壁の壁面はほぼ平坦であり、オーバーサンドは認められなかった。

【0063】

【比較例 1】

200ml のガラス製セパラブルフラスコにエチルセルロースを 20 g、溶剤の N-メチルピロリドン（関東化学）を 80 g 仕込み、 60°C に加熱しながら 1 時間攪拌して溶解し、バインダー樹脂溶液 2 を得た。

【0064】

上記のバインダー樹脂溶液 2 を 20 g 取り、ガラス粉末 ($\text{PbO}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$) 60 g、アルミナ 20 g を加え、3 本ローラーで混練し隔壁材ペースト 2 を得た。

【0065】

上記の隔壁材ペースト 2 をアプリータを用いて、ソーダガラス板上全面に塗布した。熱風乾燥機で溶剤を除去し、厚み $180\mu\text{m}$ の隔壁材層を得た。ドライフィルムをラミネートし、遮光フィルムを載せ、露光し、現像し、未露光部分を 1% 化苛性ソーダ溶液用いて除去した。炭酸カルシウム粉末を用いて、サンドブラスト装置により 90 秒間サンドブラストを施した。サンドブラストによる研磨深さを測定したところ、 $10.0\mu\text{m}$ であり、適切な深さであった。断面形状を観察したところ、隔壁の壁面は中央部分が研磨されすぎて（オーバーサンドされて）凹みが生じていた。

【0066】

エチルセルロースを用いたペーストでは十分な深さまで研磨すると、隔壁側面がオーバーサンドされてしまい、サンドブラスト性に問題があった。本発明のペーストを用いるとほぼ同じ深さまで研磨しても隔壁側面はオーバーサンドされず、サンドブラスト性が良好であった。

【産業上の利用可能性】

【0067】

PDP（プラズマディスプレイ）の隔壁材層の形成に用いることができる。

【書類名】要約書

【要約】

【課題】隔壁材ペースト用バインダー樹脂として、エチルセルロースはサンドブラスト工程においてオーバーサンドされ易い問題があった。本発明の課題は、加工性、特にサンドブラスト性に優れた隔壁材ペーストを提供することにある。

【解決手段】本発明の隔壁材ペーストは、式（１）で表わされる繰返し単位（a）と、式（２）で表される繰返し単位（b）とからなり、繰返し単位（a）のモル比が0.35～0.99であり、繰返し単位（b）のモル比が0.01～0.65であるポリウレタン樹脂をバインダー樹脂に用いることを特徴とする隔壁材ペーストである。

【書類名】 出願人名義変更届
【提出日】 平成16年 6月 8日
【あて先】 特許庁長官 殿
【事件の表示】
 【出願番号】 特願2003-380969
【承継人】
 【識別番号】 501140544
 【氏名又は名称】 三井武田ケミカル株式会社
【承継人代理人】
 【識別番号】 100081994
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 鈴木 俊一郎
【譲渡人】
 【識別番号】 000005887
 【氏名又は名称】 三井化学株式会社
【譲渡人代理人】
 【識別番号】 100081994
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 鈴木 俊一郎
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 014535
 【納付金額】 4,200円
【提出物件の目録】
 【物件名】 権利の承継を証明する書面 13
 【包括委任状番号】 0106198
 【包括委任状番号】 9710873

【物件名】

権利の承継を証明する書面

10

【添付書類】



譲 渡 証 書

平成16年 6 月 1 日

(譲受人)

住 所 東京都港区東新橋一丁目5番2号
名 称 三井武田ケミカル株式会社

(譲渡人)

住 所 東京都港区東新橋一丁目5番2号
名 称 三井化学株式会社
代表者 中 西 宏 幸



下記の発明に関する特許を受ける権利を貴殿に譲渡したことに相違ありません。

言 己

1. 特許出願の番号

特願 2003-380969

2. 発明の名称

隔壁材ペースト

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2003-380969
受付番号	20408160076
書類名	出願人名義変更届
担当官	鈴木 夏生 6890
作成日	平成16年 7月30日

<認定情報・付加情報>

【提出された物件の記事】

【提出物件名】 権利の承継を証明する書面 1

特願 2003-380969

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000005887]

1. 変更年月日

2003年11月 4日

[変更理由]

住所変更

住 所

東京都港区東新橋一丁目5番2号

氏 名

三井化学株式会社

特願 2003-380969

ページ： 2/E

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[501140544]

1. 変更年月日

2003年11月 4日

[変更理由]

住所変更

住 所

東京都港区東新橋一丁目5番2号

氏 名

三井武田ケミカル株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.